

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-279286

(43)Date of publication of application : 28.10.1997

(51)Int.Cl.

C22C 23/02
B22D 11/00
C22C 1/02

(21)Application number : 08-094532

(71)Applicant : UBE IND LTD

(22)Date of filing : 16.04.1996

(72)Inventor : KAWADA TOSHIRO
HASHIMOTO IKUJI
SUGIYAMA MINORU

(54) BILLET MADE OF MAGNESIUM ALLOY AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a billet made of an AZ base magnesium alloy suitable for the one for forging in which crystal grains are refined to the center part while having a large size of 9 to 15 inch diameter and to provide a method for producing the same.

SOLUTION: A molten metal obtd. by melting an AZ base magnesium alloy contg., by weight, 2.0 to 10.0% Al, 0.1 to 2.0% Zn, 0.1 to 1.0% Mn, and the balance substantial magnesium at a melting temp. of 700 to 800° C is added with 0.2 to 2.0% CaCN₂ as a crystal refining agent, which is held for 10 to 60min and is thereafter subjected to continuous casting, and the billet dropped to the lower direction of a mold is water-cooled to produce this invention. Its diameter is regulated to 9 to 15 inch, and the average size of the crystal grains in the billet is regulated to ≤0.150mm.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 09.11.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 05.03.2002

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-279286

(43) 公開日 平成9年(1997)10月28日

| (51) Int.Cl. ⁸ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|---------------------------|-------|--------|---------------|---------|
| C 2 2 C 23/02 | | | C 2 2 C 23/02 | |
| B 2 2 D 11/00 | | | B 2 2 D 11/00 | D |
| C 2 2 C 1/02 | 5 0 3 | | C 2 2 C 1/02 | 5 0 3 L |

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 5 頁)

| | | | |
|-----------|-----------------|----------|---|
| (21) 出願番号 | 特願平8-94532 | (71) 出願人 | 000000206 宇部興産株式会社 山口県宇部市西本町1丁目12番32号 |
| (22) 出願日 | 平成8年(1996)4月16日 | (72) 発明者 | 河田 俊郎 山口県宇部市西本町1丁目12番32号 宇部 興産株式会社宇部本社内 |
| | | (72) 発明者 | 橋本 幾治 山口県宇部市西本町1丁目12番32号 宇部 興産株式会社宇部本社内 |
| | | (72) 発明者 | 相山 実 山口県宇部市西本町1丁目12番32号 宇部 興産株式会社宇部本社内 |

(54) 【発明の名称】 マグネシウム合金製ビレットおよびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 直径9～15インチの大径でありながら、中心部分まで結晶粒の微細化が施された鍛造用として好適なAZ系のマグネシウム合金製ビレットおよびその製造方法を提供すること。

【解決手段】 Al: 2.0～10.0重量%, Zn: 0.1～2.0重量%, Mn: 0.1～1.0重量%を含有し、残部が実質的にマグネシウムからなるAZ系マグネシウム合金を熔融温度700～800度Cで溶解した溶湯に結晶粒微細化剤CaCN₂を0.2～2.0重量%添加し、10～60分間保持した後、連続铸造し、铸型下方に降下したビレットを水冷して製造した、直径が9～15インチで、かつビレット中の平均結晶粒径が0.150mm以下であるマグネシウム合金製ビレットおよびその製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Al: 2.0~10.0重量%, Zn: 0.1~2.0重量%, Mn: 0.1~1.0重量%を含有し、残部が実質的にマグネシウムからなるAZ系マグネシウム合金製のピレットにおいて、該ピレットの直径が9~15インチで、かつピレット中の平均結晶粒径が0.150mm以下であることを特徴とするマグネシウム合金製ピレット。

【請求項2】 ピレット中の平均結晶粒径が0.150mm以下で、最大粒子径が0.300mm以下である請求項1のマグネシウム合金製ピレット。

【請求項3】 Al: 2.0~10.0重量%, Zn: 0.1~2.0重量%, Mn: 0.1~1.0重量%を含有し、残部が実質的にマグネシウムからなるAZ系マグネシウム合金を溶解温度700~800度Cで溶解した溶湯に結晶粒微細化剤を添加し、10~60分間保持した後、連続鋳造し、鋳型下方に降下したピレットを水冷することを特徴とする請求項1記載のマグネシウム合金製ピレットの製造方法。

【請求項4】 結晶粒微細化剤がCaCN₂であり、その添加量が0.2~2.0重量%であることを特徴とする請求項2記載のマグネシウム合金製ピレットの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は鍛造などに要求される加工性および機械的性質に優れたAZ系のマグネシウム合金製ピレットおよびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 マグネシウム合金は実用合金中最も軽く、また剛性に優れているために、航空機や自動車等への適用が検討されている。特に自動車用ホイール等の高強度を要する構造部品をマグネシウム合金で製造するには、これまで鋳造、ダイカストなどによって製造するか、鋳造によって最終製品近くまで成型し、これを機械加工して仕上げる方法がとられてきた。しかしながら、従来の方法で製造した部品は、ミクロな鋳造欠陥が存在するなど鍛造品と比べて、機械的性質に劣り、その結果部品が厚肉となって、他の軽合金と比較して軽量化は充分ではなかった。

【0003】 マグネシウム合金によって鍛造で部品を製造する場合は、結晶粒径が小さいほど加工性、機械的性質の面で好ましい。従来より鍛造ホイール用マグネシウム合金として使用されているZK系合金は加工性が良く、合金元素として添加されるZrが結晶の微細化に効果があるので、結晶粒径をそれ程問題とせずに大径のピレットが作られているが、耐蝕性に劣り、高価という問題がある。そのため、より耐蝕性に優れ、安価に製造できるAZ系マグネシウム合金で鍛造ホイールを製造することが検討されてきた。しかし、AZ系マグネシウム合

金はZK系マグネシウム合金と比較して結晶粒を小さくすることが困難という問題があり、特に自動車のホイールなどに使用される大径のピレットでは、冷却面であるピレット表面近傍の結晶粒は小さくすることはできても、冷却面から遠いピレット中心付近では、冷却効果が小さく結晶粒が粗大となっていた。そのため、十分な加工性が得られず鍛造時に部材に割れが発生するといった問題があった。

【0004】 特開昭63-282232号公報では、25度C/秒以上の冷却速度でマグネシウム合金を凝固させ結晶粒を微細化させる方法が開示されている。しかし、水冷だけで冷却速度を上げるというこの方法では、直径9~15インチの大径のピレットを製造する場合は中心部分の冷却速度を十分に速くすることは難しく、直径5~100mm程度の細径のピレットしか微細化は実現できていなかった。そのため、例えば自動車用ホイール材として使用し得る直径9~15インチの大径のピレットを提供することが要望されていた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記したような従来の問題点を鑑みてなされたもので、その目的とするところは、例えば自動車用ホイール材として使用される程度に直径9~15インチの大径でありながら、中心部分まで結晶粒の微細化が施された鍛造用として好適なAZ系のマグネシウム合金製ピレットおよびその製造方法を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明の第1発明は、Al: 2.0~10.0重量%, Zn: 0.1~2.0重量%, Mn: 0.1~1.0重量%を含有し、残部が実質的にマグネシウムからなるAZ系マグネシウム合金製のピレットにおいて、該ピレットの直径が9~15インチで、かつピレット中の平均結晶粒径が0.150mm以下で、最大粒子径が0.300mm以下であることを特徴とするマグネシウム合金製ピレットに関する。

【0007】 本発明の第2発明は、Al: 2.0~10.0重量%, Zn: 0.1~2.0重量%, Mn: 0.1~1.0重量%を含有し、残部が実質的にマグネシウムからなるAZ系マグネシウム合金を溶解温度700~800度Cで溶解した溶湯に結晶粒微細化剤を添加し、10~60分間保持した後、連続鋳造し、鋳型下方に降下したピレットを水冷することを特徴とする上記第1の発明のマグネシウム合金製ピレットの製造方法に関する。

【0008】 本発明の第3発明は、結晶粒微細化剤がCaCN₂であり、その添加量が0.2~2.0重量%であることを特徴とする上記第2の発明のマグネシウム合金製ピレットの製造方法に関する。

【0009】

【発明の実施の形態】 本発明で使用するマグネシウム合

金は、Al: 2.0~10.0重量%、Zn: 0.1~2.0重量%、Mn: 0.1~1.0重量%を含有し、残部が実質的にマグネシウムからなるAZ系マグネシウム合金である。Alは強度の向上を目的として添加するが、10.0重量%を超えると第二相の析出が顕著となり加工性が低下する。また、2.0重量%以下では効果が十分ではない。Znも強度の向上を目的として添加するが、0.1重量%以下では効果が小さく、2.0重量%以上では加工性が低下する。Mnは耐蝕性の向上を目的として添加するが、0.1重量%以下では効果が小さく、1.0重量%以上では加工性が低下する。

【0010】本発明のピレット径は9~15インチである。例えば自動車用ホイール材として使用するためには鍛造工程での径の拡がりを考慮にいれても9インチ以上なければ非効率的である。また、本発明の方法では、15インチのピレットまでしか微細化は十分でないが、自動車用のホイールであれば、15インチ以下のピレットで十分製造できる。

【0011】本発明のピレット中の平均結晶粒径は0.150mm以下である。平均結晶粒径が0.150mmを超えると、鍛造性が低下し鍛造時に割れを生じ易くなる。ただし、平均結晶粒径が0.150mm以下であっても、結晶粒径が0.300mmを超えるような結晶粒子が含まれていると、鍛造時にその結晶粒子の周辺で割れを生じることがあるので、最大の結晶粒子径は0.300mm以下であることが好ましい。平均結晶粒径を小さくすることによって、鍛造に限らず、圧延、押出、引拔等の他の塑性加工に対しても優れた加工性を示すようになる。

【0012】本発明のマグネシウム合金を製造する場合、溶湯の温度は700~800度Cとするのが好ましく、さらに好ましくは730~780度Cである。700度C未満では結晶粒微細化剤の持続効果が小さく結晶粒は微細化されない。800度Cを超えてピレット用鑄型にマグネシウム合金を鑄込んでも機械的性質には悪い影響はないと考えられるが、防火対策の必要性や、燃料費がかさみ不経済となるので800度C以下が望ましい。

【0013】結晶粒微細化剤としては一般に炭素系、塩素系、Zrなどが使用されているが、本発明の結晶粒微

* 細化剤にはそのうちでZrを除く炭素系、塩素系が使用できる。炭素系としては、CaCN₂、石灰窒素、カーバイド、パラフィン等が、そして塩素系としてはFeCl₃が使用できる。中でも特にCaCN₂が好ましく、パラフィン、FeCl₃なども好適である。結晶粒微細化剤の量が0.2重量%未満では効果が少なく、2.0重量%を超えても効果はそれ程変わらず、微細化剤の燃えかすが多く発生するようになるので結晶粒微細化剤の添加量は0.2~2.0重量%とするのが好適であり、さらに好ましくは0.5~1.5重量%である。

【0014】結晶粒微細化剤を添加してから鑄造開始までの保持時間は10~60分とする。60分を超えると、微細化剤の効果が消失し始め、鑄造終了まで効果を持続できない。10分未満では、微細化剤の未反応分がピレットに混入する恐れがある。

【0015】連続鑄造でピレットを鑄造する場合、一般に鑄型下方から搬出した固化状のピレットを噴水して水冷を行うが、従来の水冷方法だけでは直径が9~15インチの大径のピレットの結晶粒の微細化は十分ではなかった。本発明では、冷却水の水量を調節することによって、冷却の効果を強化すると共に、結晶粒微細化剤の効果と合わせて直径が9~15インチの大径のピレットでも結晶粒の微細化が可能となった。

【0016】軽金属合金の連続鑄造法としては、ダイレクトチル法やホットトップ法等が実用化されているが、本技術はいずれの鑄造法にも適用可能である。

【0017】

【実施例】以下、実施例、比較例により本発明を詳細に説明する。平均結晶粒径と機械的性質の関係を確認するための試験を行なった。表1に示す組成のAZ系マグネシウム合金をJIS H 5203（マグネシウム合金鑄物）に従って引張試験の測定を行なった。すなわち、本JISによる金型試験片鑄型に冷却条件を変化させて鑄造し、平均結晶粒径の異なる試験片を得た。この試験片を用いて鍛造が行われる350度Cの温度で引張試験を行なった。なお、試料は鑄造F材の状態で行った。その結果を表2に示す。

【0018】

【表1】

| 成分 | Al | Zn | Mn | Si | Fe | Ni | Cu | Mg |
|---------|-----|-----|------|------|--------|--------|-------|----|
| 組成(wt%) | 8.0 | 0.7 | 0.25 | 0.03 | 0.0008 | 0.0009 | 0.002 | 残部 |

【0019】

【表2】

(350度C)

| | 平均結晶粒径 (mm) | 引張強度 (MPa) | 伸び (%) |
|------|----------------|---------------|-----------|
| 実施例1 | 0.070 | 50 | 140 |
| 実施例2 | 0.100 | 55 | 70 |
| 実施例3 | 0.140 | 55 | 65 |
| 実施例4 | 0.150 | 55 | 60 |
| 比較例1 | 0.180 | 55 | 35 |
| 比較例2 | 0.250 | 50 | 25 |
| 比較例3 | 0.300 | 40 | 10 |

【0020】表2より平均結晶粒径が0.180mmまでは引張強度の低下はないが、伸びは平均結晶粒径が0.150mmを超えると低下し始めることがわかる。

【0021】表1に示す組成のAZ系マグネシウム合金の溶湯温度を表3に示す溶湯温度で溶解し、連続铸造し、鑄型下方で搬出した固化状のピレットを水冷して、直径13インチ、長さ2000mmのピレットを製造した。結晶粒微細化剤にはCaCN₂を1.0重量%添加し、結晶粒微細化剤添加から鑄造開始までの保持時間は40分とした。ピレットの中心部分を試験片として採取し、JIS H 0501（伸銅品結晶粒度試験方法）の求積法に従って平均結晶粒径を測定した。結果を表3に示す。

【0022】

【表3】

| | 溶湯温度 (度C) | 平均結晶粒径 (mm) |
|------|--------------|----------------|
| 実施例1 | 800 | 0.110 |
| 実施例2 | 750 | 0.130 |
| 実施例3 | 730 | 0.140 |
| 比較例1 | 680 | 0.240 |

【0023】表3より、溶湯温度が高いほど平均結晶粒径が小さくなり、700度Cを超えた温度では平均結晶

粒径が0.150mm以下になっている。

【0024】表1に示す組成のAZ系マグネシウム合金を表4のように結晶粒微細化剤の種類および添加量を変えて連続铸造を行い、鑄型下方から搬出した固化状ピレットを水冷して、直径13インチ、長さ2000mmのピレットを製造した。溶湯温度は750度Cとし、結晶粒微細化剤添加から鑄造開始までの保持時間は40分とした。ピレットの中心部分を試験片として採取し、JIS H 0501（伸銅品結晶粒度試験方法）の求積法に従って平均結晶粒径を測定した。結果を表4に示す。

【0025】

【表4】

| | 結晶粒微細化剤 (重量%) | | 平均結晶粒径 (mm) |
|------|-------------------|-----|----------------|
| 比較例1 | CaCN ₂ | 0.1 | 0.220 |
| 実施例2 | CaCN ₂ | 0.3 | 0.140 |
| 実施例2 | CaCN ₂ | 1.0 | 0.130 |
| 実施例3 | CaCN ₂ | 2.0 | 0.110 |

【0026】表4より、結晶粒微細化剤が0.2重量%未満の0.1重量%では結晶の微細化が十分ではない。

【0027】表1に示す組成のAZ系マグネシウム合金を結晶粒微細化剤添加後の鑄造開始までの保持時間を変えて連続铸造を行い、鑄型下方から搬出した固化状のピレットを水冷して、直径13インチ、長さ2000mmのピレットを製造した。溶湯温度は750度Cとし、結晶粒微細化剤にはCaCN₂を1.0重量%添加した。ピレットの中心部分を試験片として採取し、JIS H 0501（伸銅品結晶粒度試験方法）の求積法に従って平均結晶粒径を測定した。結果を表5に示す。

【0028】

【表5】

| | 保持時間 (分) | 平均結晶粒径 (mm) |
|------|-------------|----------------|
| 実施例1 | 10 | 0.130 |
| 実施例2 | 30 | 0.130 |
| 実施例3 | 60 | 0.140 |
| 比較例1 | 90 | 0.170 |

【0029】表5より、添加後60分までに鑄造を開始

すれば目標の平均結晶粒径0.150mm以下のビレットが製造できることがわかる。

【0030】表1に示す組成のAZ系マグネシウム合金を冷却水量を変えて鋳造を行い、直径9～17インチ、長さ2000mmのビレットを製造した。溶湯温度は750度Cとし、結晶粒微細化剤にはCaCN₂を1.0重量%添加した。結晶粒微細化剤添加から鋳造開始までの保持時間は40分とした。ビレットの中心部分を試験片として採取し、JIS H 0501（伸銅品結晶粒度試験方法）の求積法に従って平均結晶粒径を測定した。結果を表6に示す。

【0031】

【表6】

| | 直径 inch | 冷却水量 ℓ/分 | 平均結晶粒径 (mm) |
|------|------------|-------------|----------------|
| 実施例1 | 9 | 130 | 0.120 |
| 実施例2 | 13 | 130 | 0.130 |
| 実施例3 | 13 | 150 | 0.120 |
| 実施例4 | 15 | 150 | 0.140 |
| 比較例1 | 17 | 150 | 0.190 |

【0032】表6より、直径9インチの細径のビレットは冷却水量が少なくても、また直径15インチまでは冷却水量を増やせば中心部分まで微細化できているが、直径15インチを超える大径のビレットでは冷却水量を増やしても中心部分の平均結晶粒径は微細化できなかった。本発明の方法では直径15インチのビレットまでは平均結晶粒径が0.150mm以下で目標の結晶粒の微細化が可能であることが分かる。

【0033】

10 【発明の効果】以上説明したように本発明によって製造された直径が9～15インチのAZ系のマグネシウム合金製ビレットは、中心部まで結晶粒が微細化されるので、機械的性質が優れ加工性にも富むので、自動車用ホイール等の鍛造用材に好適である。